

⑤

Int. Cl. 2:

B 01 J 17/20

①⑨ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DT 25 43 752 A 1

⑪

# Offenlegungsschrift 25 43 752

⑫

Aktenzeichen: P 25 43 752.9-43

⑬

Anmeldetag: 1. 10. 75

⑭

Offenlegungstag: 7. 4. 77

③⑩

Unionspriorität:

③② ③③ ③①

⑤④

Bezeichnung: Anordnung zum Herstellen eines Einkristalls

⑦①

Anmelder: Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH, 6000 Frankfurt

⑦②

Erfinder: Gillessen, Klaus, Dr.-Ing., 6078 Neu-Isenburg; Schuller, Karl-Heinz, 6054 Oberroden; Marshall, Albert J., 6078 Neu-Isenburg

Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

DT 25 43 752 A 1

Patentansprüche

1. Anordnung zum Herstellen eines Einkristalls aus der Schmelze, wobei der Kristall in der in einem Tiegel befindlichen Schmelze wächst, dadurch gekennzeichnet, daß sich am Boden des Tiegels (1) eine oder mehrere Öffnungen (3) befinden, über denen am Tiegelboden ein flächenhafter Keimkristall (4) liegt, daß der Tiegel (1) aus einem Material besteht, das von der Schmelze (3) nicht benetzt wird, und daß der Außenraum des Tiegels (1) unter Unterdruck steht.
2. Anordnung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Tiegel (1) aus glasartiger Kohle besteht.
3. Anordnung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine induktive Beheizung (5) für die Schmelze (2) vorgesehen ist.
4. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß unterhalb des Tiegelbodens ein Wärmeleitkörper (6) vorgesehen ist.
5. Anordnung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Wärmeleitkörper (6) aus porösem Material besteht und gleichzeitig den Tiegelboden bildet.
6. Anordnung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Wärmeleitkörper (6) aus Graphit besteht.

ORIGINAL INSPECTED

709814/0504

Licentia Patent-Verwaltungs-G.m.b.H.  
6 Frankfurt/Main, Theodor-Stern-Kai 1

FBE 75/28  
25.9.75

"Anordnung zum Herstellen eines Einkristalls"

---

Bei dem Bridgman-Verfahren zur Herstellung von Einkristallen wird die in einem Tiegel befindliche Schmelze längs eines Temperaturgradienten derart bewegt, daß ein Kristall vom Boden des Tiegels her in der Schmelze wächst. Dazu wird entweder bei feststehendem Tiegel der Ofen relativ zu dem Tiegel bewegt oder der Tiegel in dem Ofen vertikal abgesenkt. Damit überhaupt die Bildung eines Einkristalls möglich ist, wird der Tiegelboden konusförmig ausgebildet oder gegebenenfalls zusätzlich mit einer oberhalb der Konusspitze liegenden Einschnürung versehen. Bei vielen Materialien, wie z.B. Galliumarsenid, Eisenoxid oder Calcium-Wolframat, wird jedoch kein einheitlicher Einkristall erhalten, sondern es bilden sich nur polykristalline Bereiche aus. Das bekannte Verfahren würde sich durch Verwendung eines Impfkristalls wesentlich verbessern lassen. Offenbar führte bisher jedoch die Halterung eines Impfkristalls vor Beginn des Wachstums in der Schmelze zu erheblichen Schwierigkeiten.

Die Erfindung verfolgt daher den Zweck, das Bridgman-Verfahren so auszugestalten, daß das Kristallwachstum von einem Keimkristall ausgeht. Insbesondere liegt hier die Aufgabe zugrunde, eine Anordnung verfügbar zu machen, die eine präzise und einfache Halterung eines scheibenförmigen Einkristalls ermöglicht.

709814/0504

Diese Aufgabe wird gemäß der Erfindung dadurch gelöst, daß sich am Boden des Tiegels eine oder mehrere Öffnungen befinden, über denen am Tiegelboden ein flächenhafter Keimkristall liegt, daß der Tiegel aus einem Material besteht, das von der Schmelze nicht benetzt wird, und daß der Außenraum des Tiegels unter Unterdruck steht.

Nach einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung besteht der Tiegel aus glasartiger Kohle, deren Oberfläche von keinem der zur Anwendung kommenden Materialien praktisch benetzt wird. Der glasartige Kohlenstoff ist eine spezielle Art undurchlässiger Kohlenstoff-Formkörper. Er zeigt ein glasartiges Aussehen und weist die Vor- und Nachteile von Kohlenstoff und Glas auf. Die Formkörper aus glasartigem Kohlenstoff lassen sich mit einem hohen Reinheitsgrad herstellen. Zur Herstellung dient ein organisches Polymeres, wie z.B. Furanharz, Phenolharz oder Styrolharz, das in einer inerten Atmosphäre auf Temperaturen zwischen 1000 und 2000 °C erhitzt wird, wodurch eine Umwandlung in den glasartigen Kohlenstoff stattfindet.

Eine Weiterbildung der Erfindung besteht darin, daß für die Schmelze eine induktive Beheizung vorgesehen ist. Auf diese Weise läßt es sich erreichen, daß der Keimkristall unterhalb der Schmelze vor Beginn des Wachstums bestehen bleibt. Diese Maßnahme läßt sich dadurch ergänzen oder ersetzen, daß unterhalb des Tiegelbodens ein Wärmeleitkörper vorgesehen ist. Wenn dieser aus einem porösen Material besteht, das von der Schmelze nicht benetzt wird, z.B. Graphit, kann er gleichzeitig den Tiegelboden bilden.

Das Wesen der Erfindung soll anhand zweier Figuren näher erläutert werden. In den Figuren sind gleiche Teile mit den gleichen Bezugszeichen versehen.

In einem Tiegel (1) befindet sich die Schmelze (2), während am Tiegelboden eine Öffnung (3) vorgesehen ist, über welcher der Keimkristall (4) liegt. Zur Beheizung der Schmelze ist

709814/0504

eine Induktionsspule vorgesehen. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die weiteren Bestandteile der Ziehapparatur, wie z.B. eine Vorrichtung zum Absenken der Anordnung, nicht dargestellt. Es soll jedoch insbesondere darauf hingewiesen werden, daß sich die in der Figur dargestellte Tiegelanordnung in einem evakuierbaren Gefäß befindet oder zumindest im Bereich der Öffnung (3) evakuierbar ist. Auf diese Weise kann die zwischen dem Impfkristall und der Auflagefläche des Tiegelbodens befindliche Luft über die Öffnung (3) entweichen. Da der Tiegel aus einem Material besteht, dessen Oberfläche von der Schmelze nicht benetzt wird, kann diese nicht zwischen den Keimkristall und den Tiegelboden laufen. Selbst wenn der Kristall spezifisch leichter als die Schmelze ist, wird der Keimkristall sicher am Tiegelboden gehalten. Durch vorsichtiges Einstützen wird vor der Kristallabscheidung zunächst die Schmelze gebildet, ohne daß der Impfkristall sich auflöst. Es ist darauf zu achten, daß der Temperaturgradient an der Grenzfläche zwischen Keimkristall und Schmelze möglichst groß ist. Dazu kann gegebenenfalls zusätzlich ein Wärmeleitkörper (6) am Tiegelboden angebracht werden, der mit einer Längsbohrung versehen ist, um die durch die Öffnung (3) entweichende Luft durchzulassen.

Bei dem Ausführungsbeispiel nach Fig.2 besteht der Wärmeleitkörper (6) aus einem porösen Material und bildet gleichzeitig den Tiegelboden. In diesem Fall können die Öffnung im Tiegelboden und die Längsbohrung im Wärmeleitkörper entfallen. Der Unterdruck am Tiegelboden bildet sich über die Poren des Wärmeleitkörpers aus.

Die Durchführung des Verfahrens soll anhand eines Beispiels, und zwar Galliumarsenid, erläutert werden. Der Tiegel (1) wird mittels der Induktionsspule (5) so erhitzt, daß die Schmelze (2) eine Temperatur oberhalb des Schmelzpunktes ( $1238^{\circ}\text{C}$ ) annimmt, der Keimkristall (4) aber nicht aufschmilzt. Dazu muß sich die Tiegelunterseite so in einem Temperaturgradienten befinden, daß die Schmelzisotheime gerade in Höhe

709814/0504

der Kristalloberkante liegt. Um eine Zersetzung der Schmelze zu vermeiden, befindet sich die gesamte Anordnung in einem abgeschlossenen Gefäß, in dem mit einem Arsenreservoir bei ca. 610 °C der Gleichgewichtsdruck über geschmolzenem Galliumarsenid (0,97 at) aufrechterhalten wird. Nun wird die gesamte Anordnung langsam abgesenkt, so daß die Schmelze in Bereiche niedrigerer Temperatur gelangt und kontrolliert erstarrt. Durch die Vorgabe des Keimkristalls (4) wird erreicht, daß sich ein Einkristall bildet. Alternativ kann auch die Induktionsspule nach oben verschoben werden, um die gleiche Wirkung zu erzielen.

2543752

- 7 -

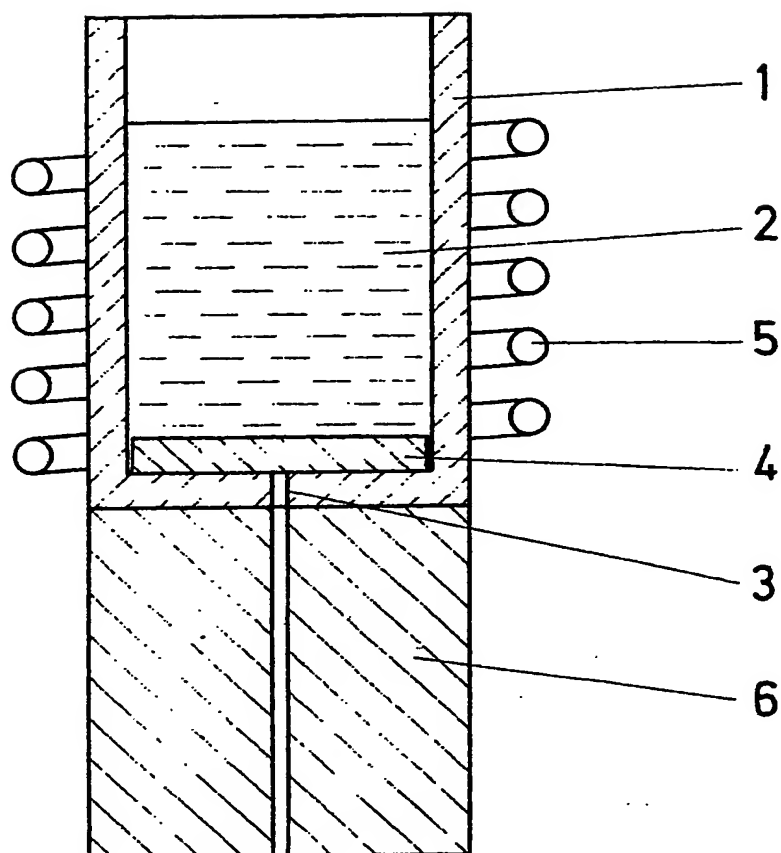


Fig. 1

FBE 75/28

B01J

17-20

AT:01.10.1975

OT:07.04.1977

709814/0504

6-

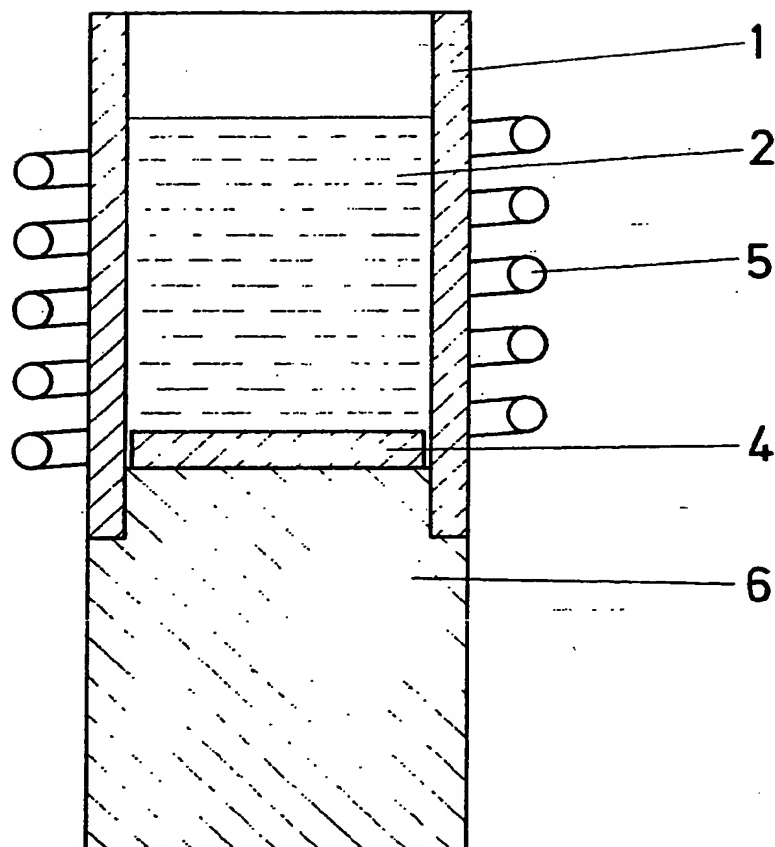


Fig. 2

709814/0504

FBE 75/28